POLITECHNIKA GDAŃSKA

Karta przedmiotu

Nazwa i kod przedmiotu	Analityka techniczna i kontrola jakości, PG_00048865		
Kierunek studiów	Inżynieria i technologie nośników energii		
Data rozpoczęcia studiów	luty 2024 r.	Rok akademicki realizacji przedmiotu	2023/2024
Poziom kształcenia	II stopnia	Grupa zajęć	Grupa zajęć obowiązkowych z zakresu kierunku studiów Grupa zajęć powiązanych z praktycznym przygotowaniem zawodowym - profil praktyczny
Forma studiów	stacjonarne	Sposób realizacji	na uczelni
Rok studiów	1	Język wykładowy	polski
Semestr studiów	1	Liczba punktów ECTS	6.0
Profil kształcenia	praktyczny	Forma zaliczenia	egzamin
Jednostka prowadząca	Wydział Chemiczny -> Katedra Inżynierii Procesowej i Technologii Chemicznej		
Imię i nazwisko wykładowcy (wykładowców)	Odpowiedzialny za przedmiot	dr inż. Patrycja Makoś-Chełstowska	
	Prowadzący zajęcia z przedmiotu	dr inż. Edyta Słupek dr inż. Patrycja Makoś-Chełstowska dr inż. Karolina Kucharska	

Formy zajęć i metody nauczania	Forma zajęć	Wykład	Ćwiczenia	Laboratorium	Projekt	Seminarium	RAZEM
	Liczba godzin zajęć	30.0	0.0	60.0	0.0	0.0	90
	W tym liczba godzin zajęć na odległość: 0.0						

Aktywność studenta i liczba godzin pracy	Aktywność studenta	Udział w zajęciach dydaktycznych, objętych planem studiów	Udział w konsultacjach	Praca własna studenta	RAZEM
	Liczba godzin pracy studenta	90	10.0	50.0	150

Cel przedmiotu

Poznanie i zrozumienie zasad ogólnych oraz wybranych procedur analityki technicznej i przemysłowej – laboratoryjnej, a także, elementów analityki procesowej i kontroli jakości różnego rodzaju paliw:

- *gazowych,*
- *ciekłych,*
- *stałych, a także*
- *surowców,*
- *strumieni procesowych podlegających dalszej przeróbce,*
- *składników podlegających „blendingowi”,*
- *materiałów pomocniczych typu: czynniki reakcyjne, katalizatory, sorbenty, płyny pomocnicze, np. rozcieńczalniki oraz gazy procesowe i spalinowe etc.*

Efekty uczenia się przedmiotu	Efekt kierunkowy	Efekt z przedmiotu	Sposób weryfikacji i oceny efektu
	[K7_U01] potrafi planować i przeprowadzać eksperymenty, interpretować uzyskane wyniki i wyciągać wnioski. Potrafi również formułować i testować hipotezy związane z problemami inżynierskimi i prostymi problemami badawczymi w zakresie chemii, fizyki oraz inżynierii i technologii chemicznej.	Teoretyczna i praktyczna wiedza z zakresu analizy i interpretacji wyników badań. Umiejętność przewidywania rezultatów badań na podstawie znajomości charakterystyki badanego materiału/próbki.	[SU4] Ocena umiejętności korzystania z metod i narzędzi [SU3] Ocena umiejętności wykorzystania wiedzy uzyskanej w ramach przedmiotu [SU2] Ocena umiejętności analizy informacji [SU1] Ocena realizacji zadania
	[K7_W07] zna i rozumie podstawowe procesy zachodzące w urządzeniach i systemach pomiarowych do analityki technicznej i kontroli jakości, zna i rozumie w pogłębionym stopniu - wybrane metodyki analityki technicznej, zachodzące zjawiska i stosowane techniki oraz dotyczące ich metody i teorie wyjaśniające złożone zależności między nimi, stanowiące zaawansowaną wiedzę ogólną z zakresu chemii, matematyki i fizyki tworzących podstawy teoretyczne, uporządkowaną i podbudowaną teoretycznie wiedzę obejmującą kluczowe zagadnienia oraz wybrane zagadnienia z zakresu zaawansowanej wiedzy szczegółowej w obszarze kontroli jakości surowców i produktów procesów technologicznych	Teoretyczna i praktyczna wiedza na temat fizykochemii poszczególnych technik i metodyk badawczych.	[SW3] Ocena wiedzy zawartej w opracowaniu tekstowym i projektowym [SW2] Ocena wiedzy zawartej w prezentacji [SW1] Ocena wiedzy faktograficznej
	[K7_U02] potrafi przy formułowaniu i rozwiązywaniu złożonych zadań inżynierskich, w tym zadań nietypowych, a także prostych problemów badawczych wykorzystać metody analityczne, symulacyjne i eksperymentalne chemii, fizyki oraz inżynierii i technologii chemicznej.	Teoretyczna i praktyczna wiedza pozwalająca na weryfikację poprawnej realizacji złożonych procesów i technologii na podstawie zaplanowanego cyklu badań z zakresu analityki technicznej i kontroli jakości.	[SU4] Ocena umiejętności korzystania z metod i narzędzi [SU1] Ocena realizacji zadania
	[K7_U04] potrafi przy formułowaniu i rozwiązywaniu złożonych zadań inżynierskich, w tym zadań nietypowych, a także prostych problemów badawczych ocenić przydatność i możliwość wykorzystania nowych osiągnięć (technik i technologii) chemii, fizyki oraz inżynierii i technologii chemicznej.	Teoretyczna i praktyczna wiedza na temat doboru metodyki wykonywania badań jakościowych i ilościowych poszczególnych nośników energii. Umiejętność adaptacji istniejących technik i metod do nowych zastosowań.	[SU3] Ocena umiejętności wykorzystania wiedzy uzyskanej w ramach przedmiotu [SU1] Ocena realizacji zadania

<table>
<tr><td>Treści przedmiotu</td><td colspan="2">Analityka techniczna i kontrola jakości w zakresie inżynierii i technologii nośników energii – różnego typu paliw „kopalnych”, bio-paliw, ogniw paliwowych (surowce, strumienie procesowe, produkty gotowe, materiały pomocnicze i procesowe, spaliny itp):

• <u>gazowych</u> (gaz ziemny, LPG, gaz koksowniczy, gazy z konwersji biomasy do paliw gazowych (bio-CH4, bio-H2),
• <u>ciekłych</u> (ropa naftowa i frakcje z jej przeróbki, paliwa z pirolizy drewna, węgla i odpadów, bio-etanol, bio-butanol, kondensat ropy naftowej, paliwowe ciekłe frakcje z fluidalnego krakingu katalitycznego (FCC), krakingu katalitycznego, izomeryzacji katalitycznej, reformingu katalitycznego, etc.),
• <u>stałych</u> (węgiel kamienny, brunatny, torf, węgiel drzewny, biomasa - drewno opałowe, słoma różnego typu, makuchy, odpady stałe osadu po oczyszczaniu ścieków, odpady zwierzęce, etc.)
• <u>ogniw paliwowych</u> (wodorowe, metanolowe, etanolowe, etc.)

Techniki i metody w analityce technicznej i kontroli jakości w zakresie :

• fizycznych i fizykochemicznych technik i metodyk badań właściwości podstawowych, a także, właściwości i parametrów użytkowych ,
• zawartości pożądanych i niedopuszczalnych grup składników oraz poszczególnych składników surowców i paliw, szczególnie technikami: spektrofotometrycznymi w zakresie XR (XRF / XRD), UV-VIS, MIR, H1 i C13 NMR, mineralizacji zapłonowej w „syntetycznym” powietrzu, lub w redukującym płomieniu powietrze – wodór z różnymi technikami i metodami detekcji i analityki, szczególnie, IR, kulometrycznie, potencjometrycznie, jonowymiennie,
• sorpcji - desorpcji oraz wymiany jonowej, w tym, chromatografii K-GC, C-GC, HPLC/UPLC, TLC/HPTLC,
• absorpcyjnej oraz emisyjnej spektroskopii atomowej i spektrometrii mas (AAS, ICP-AE, ICP-MS)
• klasycznego lub instrumentalnego miareczkowania, w tym z wykorzystaniem elektrochemii (konduktometrii, potencjometrii, volt-amperometrii, kulometrii), w tym oznaczanie zawartości wody metodą K-F etc.
• wyznaczania powtarzalności / odtwarzalności w procedurach badawczych i zastosowań tych parametrów procedur badań, analizy przyczyn błędów, określania niepewności pomiarowej, zasad nawiązania do krajowych lub międzynarodowych jednostek miar, walidacji procedur badań, nadzoru nad wyposażeniem itp. w analityce technicznej i kontroli jakości.</td></tr>
<tr><td>Wymagania wstępne i dodatkowe</td><td colspan="2">Znajomość chemii nieorganicznej, organicznej, fizycznej, analitycznej oraz podstaw technologii chemicznej.</td></tr>
<tr><td>Sposoby i kryteria oceniania osiąganych efektów uczenia się</td><td colspan="2"><table><tr><th>Sposób oceniania (składowe)</th><th>Próg zaliczeniowy</th><th>Składowa oceny końcowej</th></tr><tr><td>Egzamin</td><td>60.0%</td><td>80.0%</td></tr><tr><td>Laboratorium</td><td>60.0%</td><td>20.0%</td></tr></table></td></tr>
<tr><td rowspan="3">Zalecana lista lektur</td><td>Podstawowa lista lektur</td><td>J.G. Speight, Handbook of Petroleum Analysis, WILEY-Interscience, 2015

J.G. Speight, Handbook of Coal Analysis, WILEY-Interscience, 2005

Normy metodyczne PN/EN, ASTM; kodeksy GLP/GMP.; Normy: PN-EN-ISO 9001; PN-EN-ISO/IEC 17025</td></tr>
<tr><td>Uzupełniająca lista lektur</td><td>1. Z. Witkiewicz, „Podstawy chromatografii” WNT, W-wa, 2005.
2. M. Kamiński (ed.) „ Chromatografia Cieczowa”, CEEAM, Gdańsk, 2004.
3. J. Weiss, “Handbook of ion chromatography”, vol. 1,2, Willey-VCH 2004.
4. W. Zieliński, A. Rajca (red.): „Metody spektroskopowe i ich zastosowanie do identyfikacji związków organicznych”, WNT, W-wa, 1995.
5. J. Cazes (ed) “Encyclopedia on Chromatography”, Marcel Dekker, New York, 2001 (albo późniejsze wydania).

6. J. Namieśnik, P. Konieczka, Kontrola i zapewnienie jakości wyników pomiarów analitycznych, PTIE, 2006.</td></tr>
<tr><td>Adresy eZasobów</td><td>Adresy na platformie eNauczanie:
Analityka techniczna i kontrola jakości - Moodle ID: 37410
https://enauczanie.pg.edu.pl/moodle/course/view.php?id=37410</td></tr>
</table>

Przykładowe zagadnienia/ przykładowe pytania/ realizowane zadania	**CZĘŚĆ WYKŁADOWA** **Moduł I** – Zasady ogólne analityki technicznej i kontroli jakości **I.1.** Analityka techniczna - pomiary i badania on-line, at-line i off-line; Analityka procesowa - „automatyczna", procesowa - laboratoryjna, kontrola jakości surowców i produktów, inna analityka techniczna *(ruchy testowe, badania materiałów pomocniczych – wody, reagenty, katalizatory, sorbenty, inne materiały pomocnicze, środowisko pracy etc.)*; **I.2.** Wybrane zagadnienia systemów zarządzania jakością badań – zasady podstawowe PN-EN 9001, przypomnienie oraz najważniejsze zasady w praktyce wg: PN-EN ISO/IEC 17025, GLP i GMP; Nadzór nad wyposażeniem do badań; Badania między-laboratoryjne; Badania biegłości; Spójność pomiarowa i jej realizacja w praktyce; Kalibracja; Wzorce; Certyfikowane materiały odniesienia; Walidacja pełna / uproszczona – pojęcie, znaczenie, procedura badań, najważniejsze badane parametry, raportowanie, warunki „miarodajności" walidacji; Metody statystyczne w nadzorze nad jakością badań oraz w nadzorze nad wyposażeniem do badań; **I.3.** Źródła wymagań dla produktów i półproduktów technicznych, strumieni procesowych – regulacje prawne, normy, specyfikacje, dokumentacja wewnętrzna, umowy, oferty; Zasady zaokrąglania liczb, zapisywania wyników i porównywania wyników badań z wymaganiami; Opracowanie statystyczne wyników badań – przypomnienie podstawowych zasad; Pojęcia i zastosowania: powtarzalności, odtwarzalności; Podstawowe zasady Prawa o Miarach i ich zastosowania w nadzorze nad wyposażeniem / badaniach paliw; **I.4.** Strona organizacyjna, techniczna, materiałowa nowoczesnego laboratorium analityki technicznej; **I.5.** Zagadnienie reprezentatywności próbki, losowości pobierania. Metody i wyposażenie pobierania, próbek; Bezpieczeństwo pobierania, transportu, operowania i przygotowania próbek paliwowych; Zasady archiwizacji i przechowywania próbek archiwalnych. **Moduł II** Najważniejsze techniki i metodyki badań surowców, strumieni procesowych, produktów gotowych, materiałów pomocniczych, strumieni i materiałów procesowych, wód, ścieków, spalin, środowiska pracy itp., paliw : • **gazowych** *(gaz ziemny, LPG, gaz koksowniczy, gazy z konwersji biomasy do paliw gazowych (bio-CH4, bio-H2)),* • **ciekłych** *(ropa naftowa i frakcje z jej przeróbki, benzyny, paliwa JET, oleje opałowe, paliwa z pirolizy, drewna, węgla i odpadów, bio-etanol, bio-butanol, kondensat ropy naftowej paliwowe ciekłe frakcje z krakingu katalitycznego termicznego (FCC), hydro-krakingu katalitycznego, izomeryzacji katalitycznej, reformingu katalitycznego, „grafityzacji", …),* • **stałych** *(węgiel kamienny, brunatny, torf, węgiel drzewny, biomasa - drewno opałowe, słoma różnego typu, makuchy, odpady stałe osady po oczyszczaniu ścieków, odpady zwierzęce, …)* • **ogniw paliwowych** *(materiały elektrodowe, ciekłe, gazowe, gotowe ogniwa).* **II.3.** Przygotowanie do badań, próbek: gazowych, ciekłych, stałych - *spalanie, absorpcja, adsorpcja - desorpcja, ekstrakcja/ługowanie, spopielanie, rozdrabnianie, prasowanie, roztwarzanie, mineralizacja mikrofalowa, precypitacja z filtracją i suszeniem do stałej masy, itp.* **II.4.** Metodyki badania parametrów fizykochemicznych, użytkowych, technicznych w analityce technicznej i kontroli jakości – parametry „podstawowe"/„zaawansowane": • parametry grawimetryczne, • parametry temperaturowe, • parametry destylacyjne *(destylacja atmosferyczna, destylacja próżniowa, SIMDIS, destylacja 15-to półkowa),* • cieplne *(ciepło spalania, wartość opałowa, ciepła przemian fazowych / chemicznych, sorpcji - desorpcji)*, • techniczne *(„liczby": oktanowe, cetanowa, bromowa, jodowa, maleinowa, nadtlenkowa / odporność oksydacyjna / „żywice" / przewodnictwo, temperatura zapłonu, …)*, • refraktometryczne, kolorymetryczne, fotometryczne, spektrofotometryczne, fluorescencji, • średnia wartość oraz rozkład masy cząsteczkowej, • Oznaczanie zawartości grup związków parafinowych, naftenowych i aromatycznych (Cp/Cn/Ca) z wykorzystaniem metodyki n-d-m / FTIR / H1NMR, • struktury krystalicznej, • zawartości wody. **II.5.** Ogólne zasady identyfikacji związków chemicznych / oznaczania zawartości związków chemicznych / grup związków chemicznych

II.6. Techniki i metody przygotowania próbki oraz identyfikacji i oznaczania zawartości pierwiastków *(szczególnie: C, H, N, S, X, O, P, Si, Al, Na, K, Ca, Mg, Fe, Ni, Mo, Mn, …) „klasycznymi" / instrumentalnymi technikami i metodami:*

- *fluorescencji rentgenowskiej (XRF),*
- *absorpcji atomowej (AAS),*
- *ICP-OES / ICP-MS,*
- *mineralizacji zapłonowej w atmosferze „syntetycznego" powietrza / w redukcyjnym płomieniu wodorowym (Wickboldta),*

II.7. Techniki i metody identyfikacji / badania składu grupowego /„szczegółowego" (*czystości, zawartości wybranych związków chemicznych / ich grup / jonów*) oraz analizatory służące do takich badań:

- techniki „klasyczne" *(S^{-2}, Cl^{-}, SO_4^{2-}, TLC, TLC-FID, N-Kjehdala, woda – K-F, woda – metoda acetylenowa)*
- instrumentalne: jedno i wielkowymiarowa chromatografia gazowa w analityce gazów / lotnych mieszanin związków organicznych z detekcją FID, TCD, MS, PID, ECD,
- wysokosprawna chromatografia cieczowa adsorpcyjna i jonowymienna / jonowa z detekcją RID / UV-VIS-DAD, ELD, konduktometryczną, FLD, MS ,
- techniki i metody spektroskopowe MIR – FTIR, UV-VIS,
- kulometria, potencjometria, volt-amperometria inwersyjna.

II.8. Techniki i metody chemometryczne, szczególnie w zakresie bliskiej podczerwieni (NIR).

II.9. Techniki i metody sprzężone *(mineralizacja zapłonowa – IExchC / LC-GC / GC-LC)*

Moduł III. Opracowanie i walidacja nowych metodyk badawczych.

II.1. Źródła metodyk przygotowania próbki oraz badań i sposób ich analizy, jako inspiracja do opracowania własnych rozwiązań – metodyki znormalizowane, opisy patentowe, publikacje naukowe;

II.2. Nowo opracowane / zaadaptowane metodyki badawcze - studium przypadku

CZĘŚĆ LABORATORYJNA – 12 ćwiczeń, ćwiczenia 5-cio godzinnych

- każde ćwiczenie dotyczy zbadania co najmniej trzech parametrów – każdy student wykonuje badanie wszystkich parametrów.

Tematyka poszczególnych ćwiczeń laboratoryjnych

1. *1.* **Badanie parametrów podstawowych** wybranych nośników energii (**CH.D***): gęstość, współczynnik załamania światła, barwa, widmo UV-VIS, lepkość kinematyczna, „obecność wody i zanieczyszczeń" + określenie laboratoryjnej powtarzalności metody badań / stopnia kontaminacji;*
2. **Badanie składu mieszanin gazowych techniką chromatografii gazowej** - gazowe nośniki energii – kolumny pakowane / kapilarne typu pora-plot – 5A/3A, Q/N, SiO_2/Al_2O_3, „Carbopak"/C_{akt} - GC-TCD; GC-FID; GC-FPD (**CH.D**) *(skład gazu wodorowego, skład LPG, skład gazu fermentacyjnego, skład gazów spalinowych);*
3. **Badanie składu paliw ciekłych / ciekłych strumieni procesowych** – *benzyny / frakcje benzynowe / bio-etanol* - CGC-FID; CGC-FPD; CGC-PID; CGC-MS (**CH.D**);
4. **Badanie składu mieszanin techniką wysokosprawnej chromatografii cieczowej** - NP-HPLC-BF-UV-DAD/RID/LLSD // TLC-FID; (**CH.C**) *(IP-391, EN-12-916:2010 - ON z FAME, TLC-FID, ciężki olej opałowy;*
5. **Badanie** (*wyznaczanie*) **parametrów „sumarycznych" złożonych mieszanin** – **rozkładu temperatury destylacji** *(klasyczna destylacja / SIMDIS*) - **rozkładu masy cząsteczkowej** - GPC-SEC – UV-VIS-DAD/RID/LLSD – frakcja A / C / D // TAG // FAME (**CH.C**);
6. **Techniki mineralizacji spaleniowej / mikrofalowej, jako techniki przygotowania próbki do badań i oznaczanie pierwiastków**: Na, Fe, Ni, Si, Al - ASA / jonów - chromatografia jonowymienna – *SO_4^{2-}, Cl^{-}, Na^{+} / NH_4^{+}, Ca^{+2}, Mg^{+2}, Fe^{+2}, MEA, DEA, MDEA* (**CH.D**);
7. **Badanie składu grupowego techniką NP-TLC / RP-TLC z wizualizacją 365 nm / 254 nm / J_2 / siarczan berberyny** // **UV-VIS, FTIR** *(zbadanie obecności i orientacyjnej zawartości węglowodorów nasyconych / aromatycznych żywic / FAME / acylo-gliceroli (TAG/DAG/MAG), WKT / Glicerolu* w ON / FAME / ON+FAME (**CH.C**);
8. **Badanie składu hydrolizatu kwaśnego / alkalicznego / enzymatycznego BMLC techniką RP-HPLC / HILIC-HPLC / IExclC- HPLC // RP-TLC / HILIC-TLC** (**CH.C**)
9. **Badania ścieków po procesach rafinacji ropy naftowej – BZT, CHZT, zawartości wybranych grup LZO** (DLLME - HS-GC-MS, GC-FID, GC-NPD, GC-FPD). (**CH.D**);
10. **Badanie odporności na utlenianie benzyny / ON, właściwości smarnych, „ciśnienia wtrysku", temperatury zapłonu w tylu zamkniętym - ON**, **obecności ON w benzynie** – met. lustra (**CH.C**);
11. **Oznaczanie wody w paliwach płynnych** - metodą K-F, **wilgoci w BMLC** - metodą suszenia w 130C, **popiołu w BMLC – w piecu muflowym** (**CH.C**)

	12. **12. Laboratorium wyjazdowe do Lotos LAB – zasady SZJ wg PN-EN-9001 / 17025 + „laboratorium paliwowe”** – gęstość / lepkość – wibracyjnie, prężność, odporność na utlenianie („okres indukcyjny” benzyn, odporność oksydacyjna ON) LOB / LOM / liczba cetanowa, „żywice obecne”, CGC – laboratoryjna analityka procesowa frakcji benzynowych – PIONA, związki tlenowe w benzynie, SIMDIS fr. paliwowych, JETA1 (*JEFTOT, temperatura zapłonu metodą TAG, „korozja na srebrze”, przewodnictwo elektryczne*, *H2S i siarka merkaptanowa – potencjometrycznie*), zawartość S w benzynach / ON – XRF, zawartość Clorg / Sorg / Norg we frakcji benzynowej ropy naftowej metodą mineralizacji zapłonowej z oznaczeniem kulometrycznym / fluorescencyjnym.
Praktyki zawodowe w ramach przedmiotu	Nie dotyczy